

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-113436

(43)Date of publication of application : 02.05.1989

---

(51)Int.Cl. C08J 3/22  
B01J 13/02  
C08K 9/10  
C08K 9/10

---

(21)Application number : 62-271461

(71)Applicant : YOSHIMOTO HIROSHI  
MATSUBARA NOBUKO  
CHO SHINICHI

(22)Date of filing : 26.10.1987

(72)Inventor : YOSHIMOTO HIROSHI  
MATSUBARA NOBUKO  
CHO SHINICHI

---

## (54) PREPARATION OF SYNTHETIC RESIN PELLET CONTAINING MICROCAPSULATED ADDITIVE IN HIGH CONCENTRATION

### (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title pellets exhibiting uniform dispersibility and slow release effect of an additive, by compounding specified microcapsules, a dispersing agent and a low m.p. fluidizing agent with a limited mixing ratio.

CONSTITUTION: When a microcapsules including large amt. of various additives are incorporated in a synthetic resin in high concn., inorg. spherical porous or spherical hollow porous microcapsule whose particle size is 0.1W200  $\mu$  are used. The mixing ratio of the microcapsules is 20W90wt.%. As a dispersing agent, metallic soaps of various fatty acids, fatty acid monoglycerides, ketones having long chain alkyl groups, etc., are used and the mixing ratio is 3W10wt.%. A low m.p. fluidizing agent such as polyethylene wax or liq. paraffin is used and the mixing ratio is 7W77wt.%. The aimed synthetic resin pellet is obtd. by satisfying these conditions.

⑩ 日本国特許庁 (JP)      ⑪ 特許出願公開  
**⑫ 公開特許公報 (A)      平1-113436**

⑬ Int. Cl. <sup>4</sup> C 08 J    3/22 B 01 J    13/02 C 08 K    9/10	識別記号 CAM KCR	序内整理番号 8115-4F Z-8317-4G	⑭ 公開 平成1年(1989)5月2日 A-6845-4J 審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)
--	--------------------	--------------------------------	--

⑮ 発明の名称      添加剤内包マイクロカプセルを高濃度に含有した合成樹脂ペレット  
の製造方法

⑯ 特願 昭62-271461  
⑰ 出願 昭62(1987)10月26日

⑱ 発明者 吉本 博	大坂府高槻市高槻町10-1
⑲ 発明者 松原 信子	兵庫県川西市向陽台3丁目3番地の141
⑳ 発明者 長 慶一	京都府八幡市橋本栗ヶ谷64-52
㉑ 出願人 吉本 博	大坂府高槻市高槻町10-1
㉒ 出願人 松原 信子	兵庫県川西市向陽台3丁目3番地の141
㉓ 出願人 長 慶一	京都府八幡市橋本栗ヶ谷64-52

明細書

1. 発明の名称

添加剤内包マイクロカプセルを高濃度に含有した合成樹脂ペレットの製造方法

2. 特許請求の範囲

香料、紫外線吸収剤、等温防止剤、防腐剤、防カビ剤、防虫剤、殺虫剤など各種の添加剤を多量に内包したマイクロカプセルを使用し、このマイクロカプセルを合成樹脂化高濃度に含有せしめるに際し

山粒子径0.1~300ミクロンの無機質の球形多孔質または球形中空多孔質のマイクロカプセルを使用する。

④ 各種添加剤内包マイクロカプセルの混合比率(重量%)は20~90%である。

内分離剤として各種脂肪酸金属石鹼、モノグリセライドの脂肪酸エステル、長鎖状アルキル基を有するグリセリン類などを使用しその混合比率(重量%)は8~10%である。

山各種添加剤内包マイクロカプセルの均一分散性を得るためポリエチレンワックス、アクリチックポリプロピレン、流動パラフィン、カルナワックスなどの低融点流動化剤を使用しその混合比率(重量%)は2~10%である。

これらの条件を満足せしめることによって、各種添加剤を内包したマイクロカプセルを高濃度に含有した合成樹脂ペレットを得ることを特徴とする製造法。

3. 発明の詳細な説明

山 産業上の利用分野

香料、防腐剤、防カビ剤などができるだけ多量に含有し、成形品、シート、フィルム状態に成形した場合、これらの各種添加剤を内包したマイクロカプセルが均一に分散し、しかも球形多孔質マイクロカプセルの使用により、内包された添加剤の徐放性が得られ、長期に亘って添加剤の効果が発揮される。

4. 説明の技術

山 産業の各種添加剤内包マイクロカプセルを高

## 特開平1-113436 (2)

液体に含有した合成樹脂ペレットすなわちマスター パッチの製造法として

①ドライブレンド法で製造したマスター パッチは 添加剤内包マイクロカプセルの混合比率は高々 1.0 ~ 3.0 %である。合成樹脂ペレットを用いずに合成樹脂粉末を使用した場合は、約 3.0 %の混合比率が得られるが、これらのマスター パッチは、あるいは合成樹脂ペレットの添加によって混合したものも焼成後でフィルムを作った場合内包マイクロカプセルの樹脂中での分散が悪く得られたフィルムはフィッシュアイ、フローマークなどの欠点が多く良品は得られない。

また熱安定性の悪い添加剤とくに香料の場合は射出成形、押出し成形、カレンダー成形、ロール練りなどの高温条件で香料の分散、蒸散を生じロスが極めて大きい。

②ドライブレンド法でマスター パッチを作る場合はステアリン酸硬脂、ステアリン酸鈷などの脂肪酸金属石鹼の分散剤を使用しても上述の

と同じ結果しか得られず分散が悪い。

したがってこのマスター パッチペレットを使用して製造したフィルムも均一性がなくムテが多くフィッシュアイも多発している。

上述のようになし技術では本特許請求範囲に記載したような均一分散性の添加剤内包マイクロカプセルの高濃度含有合成樹脂マスター ペレットは得られない。

## ③発明が解決しようとする問題

従来技術では不可能とされた香料、防腐剤、助効剤などとの添加剤内包マイクロカプセルを最大 10 %までの高濃度に含有し、しかもこれで成形、製膜、シート成形したとき添加剤内包マイクロカプセルの均一分散性および添加剤の余活性短縮の得られる合成樹脂マスター ペレットを製造する方法である。

また高濃度含有により既成品、シート、フィルムなどは添加剤の余活性期間は長大化する。

## ④問題点を解決するための手段

従来のドライブレンド法あるいはロール練り

などの方法では添加剤内包マイクロカプセルを 3.0 %以上に合成樹脂に混合し、しかもこれから得られた成形品、シート、フィルムなどが添加剤内包マイクロカプセルの均一分散性を有することは不可能であった。

本発明はこのマイクロカプセルの合成樹脂に対する混合比率を最大 10 %まで増大し、しかもマイクロカプセルの均一分散性を確保した合成樹脂マスター ペレットの製造法に関するものである。

このために

⑤分散剤として各種脂肪酸金属石鹼、モノグリセライドの脂肪酸エステル、長鎖状アルキル基を有するケトン類などを使用する。そしてその混合比率(重量比)は 8 ~ 10 %が良い。脂肪酸金属石鹼としてはステアリン酸硬脂、ステアリン酸鈷などをノングリセライドの脂肪酸エステルとしてステアリン酸セノグリセライド、オレイン酸セノグリセライドなど長鎖状アルキル基を有するケトンとしてステ

アロンなどが良い。

⑥高濃度の添加剤内包マイクロカプセルを含有する合成樹脂マスター ペレットの主成分は低融点での混合、均一分散助剤としての低融点のポリエチレンタックス、アタクチャックポリプロピレン、流动パラフィン、カルナバワックスなどの低融点流動化剤である。

その混合比率(重量比)は 7 ~ 7.7 %である。本発明の高濃度マスター ペレット製造の重要な点はこれらの低融点流動化剤の使用にある。

従来のドライブレンド法ではポリエチレン、ポリプロピレンなどの合成樹脂ペレットに接着剤分散剤、添加剤内包マイクロカプセルを加へてブレンダーでよく混合し押出機で押出しペレタイズしてマスター ペレットを得ている。しかしポリエチレン、ポリプロピレンの合成樹脂では押出後の押出融度 200 ~ 220 °C で例えば添加剤が香料の場合可成りの部分が逸散または分解しそうとなる。通常低融点樹脂を用いても押出融度は 160 ~ 200 °C である。

## 特開平1-113436(3)

この本発明によるものは低融点流动化剂を使用するのでスーパーミキサーで混合する場合摩擦熱でポリエチレンタックスに添加剤内包カプセルが均一に混合され均質なマスタベレットが得られる。

このときのスーパーミキサーの回転数は配合割合により9000～8000回転で時間は5分で充分である。

また押出機でマスタベレットを製造する場合はこの配合物に更に高圧法ポリエチレンを適当な割合に配合して120～180℃で押出成形すると分散性均一の中程度のマスタバッチを得ることができる。又樹脂などに使用時は押出機以外に上記配合物を熱可塑性樹脂とブレンドしホールドりパンパリ樹も可能である。この中程度マスタベレットに着色剤を加え製膜すれば透明な均質なカラーフィルムが得られる。

ポリエチレンタックス、アタクチックポリプロピレン、流動パラフィン、カルナクパワックスなどの低融点流动化剤はポリエチレンの既にボ

リプロビレン、ポリステレン、ポリ塩化ビニール、ABS、ポリカーボネート、ポリアミド…などの熱可塑性樹脂に適用できる。

④各種添加剤内包マイクロカプセルの混合比率（重量%）は89～90%である。

すなわち粉末技術の10%をはるかに上回る混合比率である。

本発明に使用するマイクロカプセルは粒子径1～200ミクロンの無機質の球形多孔質または球形中空多孔質の微粒子である。

材質は

○アルカリ土類金属炭酸塩：炭酸カルシウム・炭酸バリウム・炭酸マグネシウムなど

○アルカリ土類金属硫酸塩：硫酸カルシウム・硫酸バリウム・硫酸マグネシウムなど

○金属炭化物：シリカ、アルミナ、酸化鉄、酸化コバルト、酸化ニッケルなど

○金属炭酸塩：炭酸コバルト、炭酸ニッケル、堿基性炭酸銅などである。

上記の④の諸条件を満足せしめることによっ

て分散性均一、長期保存性効果を有する高濃度合成樹脂マスタベレットを得ることができる。押出機によるマスタバッチを得る押出温度は配合割合によって100～160℃が適正である。

この温度範囲以外では経験押出しが困難であるかまた高濃押出しのため発泡し所期のペレットは得られない。

例へば押出温度160℃ではペント型押出機ではペントロからポリマーが吹き出して押出成形できない。

## 四発明の効果

本発明による高濃度合成樹脂マスタベレットの製造実施例を以下の通り記す。

実施例1 低融点ポリエチレンタックス10部ローズ苔50%内包シリカマイクロカプセル50部ステアリン酸亜鉛10%をスーパーミキサーで6000R.P.Mにて6分間混合し8×8×4mmサイズの白桜苔内包マイクロカプセル高濃度含有マスタベレットを得た。

このもの10部にポリステレン（O.P用）90部を加えブレンダーで混合射出成形機でハンガーを成形した。

このハンガーはマイクロカプセルの分散が均一でポリステレンの透明性白桜苔を有し室温放置で約1年の保管期間を有していた。

## 実施例2

ローズ苔50%内包シリカマイクロカプセル5部にポリエチレン30部ステアリン酸亜鉛5部を加えブレンダーで混合し押出機でペレタイズ

特開平1-113436 (4)

した。

このペレットをチューブラ式製膜機でフィルムを製造した。得られたフィルム(25μm厚さ)はマイクロカプセルの分散不良により、フィッシュアイ多くまたフローマークも多発した。また製膜時供切れも時々発生した。ローズ苔は有するがフィルムとして不良である。

## 実施例4

防錆剤 6.0 部内包シリカマイクロカプセル 4.0 部流动バラフィン 5.0 部部分軟化エーテル(花王ケトン系) 5.0 部の配合物をスーパーミキサーで 3000 良 P.M. 5 分間混合し平均 3.0 × 3.0 mm サイズのマスタペレットを得た。

このマスタペレット 5.0 部に吹抜ボリチレンビニールコンパウンド 8.0 部を加へプレンダーで混合後 T-ゲイで押出成形し厚さ 2.0 mm の吹抜ビシートを得た。このシートはフィッシュアイ、フローマークのない均質なシートでこれに水蒸気を噴霧したところ結果せず水滴を生じなかつた。この防錆効果はくり返し試験に耐え、

混台(5分間)して得たペレットを使用したものは上述の射出成形温度(340℃)より 60 ℃でも低い: 300℃の射出成形温度で歯ブラシの柄を成形することができた。分散性がよく均質でまた低温成形のためバラ苔のロスがきわめて少なく、苔の保管期間は 1 年を有している。

またバラ苔 5.0 部内包シリカマイクロカプセル 6.0 部ボリニチレン 4.0 部ステアリン酸亜鉛 5.0 部の配合物をプレンダーで混合し、射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。しかしこの成形品は成形品表面にマイクロカプセルの分散不良によるブツブツが多く、また成形品は白黒しており商品価値がない。苔の保管期間も成形温度が高いため苔のロスが大きく、3 過間と短かくなつた。

## 実施例5

実施例4で得られたマスタペレットとボリエチレンを 1:1 に配合しプレンダーで混合しマイクロカプセル 4.0 部の中温成形マスタペレットを得た。

半間の使用実績がある。このシートは防錆剤を 4 部含有しているが吹抜ボリコンパウンドに 4 部の防錆剤を直接配合して押出成形し、シートとしたものは最初の数回は結露せず防錆性を示すがその後は拭拂とともに防錆性が喪失し、1 過間で防錆効果を示さなくなつた。

## 実施例6

バラ苔 5.0 部内包シリカマイクロカプセル 6.0 部ボリニチレン 1.0 部ステアリン酸亜鉛 1.0 部をプレンダーで混合し、このものを射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。しかしボリエチレンの量が少なく射出成形できなかつた。

上記配合物 5.0 部に更にボリエチレン 9.0 部を加へプレンダーで混合し、射出成形機で歯ブラシの柄を成形した。しかし成形品のマイクロカプセルの分散が悪く溶点状を多数表面に生じ、また成形温度が高いためバラ苔の分解逸散のロスが多く苔の大半を減少を生じた。

これに対し、実施例 4 で示したように、低融点ワックスを使用し配合物をスーパーミキサーで

このものの 5.0 部にボリニチレン 1.0 部を加えよく混合し、チューブラ式製膜機で厚さ 2.0 mm のフィルムを製膜した。このフィルムは透明性がよくフィッシュアイもなく、フローマークもない均質なフィルムを得た。保管期間は室温で 3 ヶ月以上であった。

以上実施例に示されたように本発明による高濃度マスタペレットを使用することにより成形品、シート、フィルムなどの成形品は均質で各種添加剤の長期に亘る効果をもったものが得られる。またこれらのマスタペレットは従来技術ではえられない 5.0 部の高融点の添加剤内包マイクロカプセル含有成形品マスタペレットが得られる。さらにこのマスタペレット単体または合成分岐配合物は合成分岐に対する全割合添加剤配合物よりも低温で成形できるため安定性の悪い添加剤たとえば苔の場合はロスが少なくて、きわめて有用である。

特許出願人 吉本博  
(その外 2 名)